

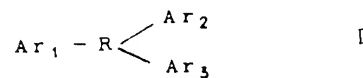
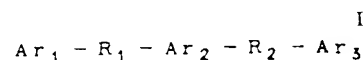
#### 54. OIL CHAULKING COMPOSITION

11 55-118986 (A) (43) 12.9.1980 (19) JP  
 21 Appl. No. 54-26513 (22) 7.3.1979  
 71 NIPPON SEKIYU KAGAKU K.K. (72) SATOSHI NARUI(2)  
 51 Int. Cl.<sup>3</sup> C09K3 10,E04B1 66

**PURPOSE:** An oil chaulking composition that characteristically contains a novel undrying oil with a specific molecular weight, thus being bleeding-free.

**CONSTITUTION:** The objective composition contains, as the essential component, at least one selected from (A) compounds of formula I,  $Ar_1 \sim Ar_3$  are benzene or alkylbenzene;  $R_1$  and  $R_2$  are 2~3C hydrocarbyl, such as  $\alpha$ -methylbenzyl- $\alpha$ -methyl (methyl)benzyl-benzene, (B) compounds of formula II (R is 4~7C hydrocarbyl), such as 1-tolyl-1,3-diphenyl-butane and (C) compounds of the formula  $Ar_1-R-Ar_2$ ,  $Ar_1$  is alkylphenylindane residue; R is 2~3C hydrocarbyl residue;  $Ar_2$  is benzene or alkylbenzene ring, with 300~398 molecular weight.

**EFFECT:** When applied, the composition is soft clay-like and forms coating films after cured to reject the adhesion of dust.



#### 54. FOAMING FIREPROOF COMPOSITION

11 55-118987 (A) (43) 12.9.1980 (19) JP  
 21 Appl. No. 54-26541 (22) 6.3.1979  
 71 DAINICHI NIPPON DENSEN K.K. (72) TOSHIKAZU OMAE(2)  
 51 Int. Cl.<sup>3</sup> C09K3 28,C09K3 10

**PURPOSE:** A putty-like foaming fireproof composition that is made by impregnating swelling graphite with phosphorus or phosphorous compound, thus forming continuous carbide foam effective against super heating and fire proofing when heated, with prevention of the formation of finely foamed swelling graphite.

**CONSTITUTION:** Said composition comprises (A) 100pts.wt. of swelling graphite and (B) 5~300, preferably 20~100pts. of phosphorus or phosphorus compound such as phosphorus pentoxide. More preferably, (C) at least one selected from (a) 10~70pts. of an organic liquid or semisolid such as hydrocarbon, (b) 25~70pts. of polyhydric alcohol as monopentaerythritol or hydrocarbon, (c) 25~75pts. of a foaming agent such as finely powdered melamine and (d) grease such as lithium soap grease is added to 100pts. of the resulting composition.

#### 54. FLAME RETARDER OF FINE PARTICLE

11 55-118988 (A) (43) 12.9.1980 (19) JP  
 21 Appl. No. 54-27516 (22) 8.3.1979  
 71 MATSUMOTO YUSHI SEIYAKU K.K. (72) SHINICHI NAKAYAMA 2  
 51 Int. Cl.<sup>3</sup> C09K3 28,B01J13 02,C08K5 00

**PURPOSE:** The flame retarder is microcapsuled with a resin to eliminate troubles when kneaded or molded, such as evolution of decomposition gas and deterioration of mechanical properties.

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭55-118987

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 09 K 3/28  
3/10

識別記号

庁内整理番号  
7229-4H  
6526-4H

⑭ 公開 昭和55年(1980)9月12日

発明の数 3  
審査請求 未請求

(全 6 頁)

⑮ 発泡性防火組成物

尼崎市東向島西之町 8 番地大日  
日本電線株式会社内

⑯ 特 願 昭54-26541

⑰ 発 明 者 谷口仁一

⑱ 出 願 昭54(1979)3月6日

尼崎市東向島西之町 8 番地大日

⑲ 発 明 者 御前俊和

日本電線株式会社内

尼崎市東向島西之町 8 番地大日  
日本電線株式会社内

⑳ 出 願 人 大日日本電線株式会社

尼崎市東向島西之町 8 番地

㉑ 発 明 者 開出保

明 細 書

1 発明の名称

発泡性防火組成物

2 特許請求の範囲

1 膨張性黒鉛とリン又はリン化合物とからなり、リン又はリン化合物の量はリン元素量に換算して膨張性黒鉛の10の重量部あたり3〜30の重量部であることを特徴とする発泡性防火組成物。

2 (a) 有機の導体あるいは固体、(b)炭素水素系多価アルコール類又は炭水化合物類、(c)炭酸系、及び(四)フリース系からなる群から選ばれた少なくとも1種を共存させてなる特許請求の範囲第1項に記載の発泡性防火組成物。

3 1/5 A 5752 で測定した数値が1〜20のバネ状物質である特許請求の範囲第2項の発泡性防火組成物。

発泡性防火組成物。

3 発明の詳細な説明

本発明は、発泡性の防火組成物に関する。

膨張性又は発泡性黒鉛(以下単に膨張性黒鉛と称す)を発泡性の防火用材料として使用する試みが種々行われているが、膨張性黒鉛を火焰で加熱したとき、飛散し易い微細な膨張片が生じるのみで、耐火あるいは防火上有効な炭素炭化物塊と成り難い問題がある。

ところで、本発明者らの研究によれば、膨張性黒鉛はリン又はリン化合物の共存で加熱されると、詳細な機構は未だ不明であるが、リン成分が微細な炭素膨張性黒鉛の生成を防止し、適量あるいは防火上有効な炭素炭化物の連続体乃至炭素炭化物塊を形成させる作用をなす。

本発明は、かかる新知見をもとずいて開発したものであつて、膨張性黒鉛とリン又はリン化

る膨張性防火組成物を提案するものである。

膨張性黒鉛は、加熱されたとき黒鉛層間化合物の熱分解により膨張する性質を有するものであつて、本発明においては公知のものが用いられる。たとえば、層間化合物として黒鉛層性硫酸塩、ナトリウム黒鉛、カリ黒鉛、塩化黒鉛、臭素化黒鉛、フッ化黒鉛、黒鉛硫化物、塩化アミンニウム黒鉛化合物、塩化第二鉄黒鉛化合物等を有するものが例示し得る。その他、特公昭52-42175号明細書、特開昭52-109511号明細書、特開昭52-84251号明細書、武井武、河崎千尋編、新しい工業材料の科学、A-2炭素と黒鉛製品、金原出版(1968)等に記載のものも使用することができる。

リン又はリン化合物としては、赤リン、黄リン等のリン単体又はリン元素を分子中に含む黒炭又は有機の化合物が用いられる。本発明においては、リン元素自体の作用で膨張性黒鉛の発泡を前記した通りに改良するのでリン化合物としては、その化学種は問わない。たとえば三層

(3)

性黒鉛の発泡状態の改善効果が乏しく、一方その重量部より多いと組成物の発泡率が小さくなる。従つて、リン又はリン化合物の使用量はリン元素量にして膨張性黒鉛100重量部あたり10-150重量部、特に20-100重量部とするのが好ましい。

本発明においては、粒状あるいは粉末状の膨張性黒鉛と粒状、粉末状、あるいは液状のリン又はリン化合物とを単に機械的に混合するのみでよい。粒状、粉末状の本発明の組成物は、自己形態保持性はないが、炭層、鋼層でかこまれる場所等に使用して充分発泡防火機能を発揮する。

本発明の組成物(以下特発明組成物と称す)は、以下に記載する(1)-(4)成分の一層又は二層以上を使用すると一層好ましい。

(1)成分：有機の炭体あるいは半固体；

化リン、五酸化リン等のリン酸化合物類、次亜リン酸、亜リン酸、二亜リン酸、次リン酸、オルトリリン酸、ポリリン酸、メタリン酸、オルトリリン酸、等のリン酸類、リン酸アンモニウム、ポリリン酸アンモニウム、リン酸二水素ナトリウム、リン酸水素ナトリウム、リン酸三ナトリウム、二リン酸ナトリウム、三リン酸ナトリウム、二リン酸カリウム、三リン酸カリウム等のリン酸塩類、トリクレジルスフェート、トリフェニルスフェート等リン酸エステル類、ノラニルスフェート、ラアニールウレアスフェート、ウレアスフェート、ポリスホリルアミド、スホリルトリアニリド、ポリリン酸アンモニウムのアンモニウムの一部をメラミンにて置換したポリリン酸アミド等の有機リン化合物類、三塩化リン、五塩化リン等のハロゲン化リン酸、等を例示することができる。

リン又はリン化合物の使用量は、リン元素量に換算して膨張性黒鉛100重量部あたり5-300重量部である。リン量が5部未満では膨

(4)

えられる。上記で云う半固体状とは1/5-2/340-1949で測定した硬度(円錐の突針入深さの10倍値)が50以上のものである。特発明組成物は吸して自己形態保持性の乏しいものが多いが、本(4)成分と均一な混合物とすることによりパツ状物質と造ることができるので防火材料として希薄に使用し易くなる。しかもリン又はリン化合物による膨張性黒鉛の発泡改善効果は相われることはない。

(4)成分は化学的には炭化水素類であるが、炭素原子10個あたり水素以外の元素たとえば酸素、窒素、ハロゲン、硫黄を6個以下の量範囲で含む有機化合物も使用することができる。更にシリコン類も使用することができる。例を挙げると、ラチン、プロピレン、エチレン等のエレンの低乃至中重合体類、石炭系炭化水素油類、ポリアルキレンポリオール油類、塩素化

ニトリル等のゴム類の低重合体等のシリコン類

である。適量で固体の天然又は合成の有機物質とその他の有機物質、たとえば有機液体、との混合物であつて上記した要求を満たすものも同成分として使用することができる。かかる混合物の例としては各種のゴム、プラスチック、ワックス類、ロジン類等と先に例示した有機物質との混合物が挙げられる。同成分の使用量は特定発明組成物100の重量部あたり10〜200の重量部程度である。製造、加工性に無かつ適当な稠度を有するペースを得るためには、同成分として、特に100°Fにおける粘度が200〜10,000cst.のものを用い、かつ特定発明組成物100の重量部あたり同成分を10〜70の重量部使用すると良い。

(ii)成分：炭化水素系多価アルコール類又は炭水化合物類：

下式で示されるOH指数が18〜25であり、カーボン含有量が35〜70の重量%のものが用いられる。

(7)

(c)成分：発泡剤：

(c)成分としては、加熱により分解して二酸化炭素、一酸化炭素、炭酸ガス、アンモニアガス等を放出するものが用いられる。

その分解温度は120〜400°C程度のもものが好ましい。たとえば、メラミン、尿素、ホルムアルデヒド、アミノ酢酸、トリメチロールメラミン、ヘキサメチロールメラミン、メラミンとホルムアルデヒドとを付加縮合反応させて得られる常温で固体の無機又は半有機のメラミン樹脂、グアニジン等の有機メニン類、ジシアジエド、チオアルウレア、ホリアエド樹脂、カゼイン、アリジカルボンアミド、ニトロソスルホンアミド等の有機アミド類、塩素化パラフィン、パラクロロメタキシレン、クロロクロロフェル樹脂、ペンタクロロフェニル、グリセニールエーテル等のハロゲン化有機化合物類、

OH指数 =  $\frac{1}{\text{分子中のOH基の数}} \times 100$

炭化水素系多価アルコール類の例としては、ノペンタエリスリトール、ジペンタエリスリトール、トリペンタエリスリトール、トリエチレングリコール、ソルビトール、レシルシノール、ポリペンタエリスリトール、グリセリン、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、ジエチレングリコール、テトラヒドログリコール、ヘキサメチロールグリコール、イノシトール等があり、炭水化合物類の例としてはデキストリン、澱粉、グルコース、蔗糖等がある。これらのうち好ましいものはノペンタエリスリトール、ジペンタエリスリトール、トリペンタエリスリトール及び澱粉である。

(ii)成分の使用量は、特定発明組成物100の重量部あたり10〜150の重量部、特に25〜70の重量部程度が適当であつて、(ii)成分の使用により組成物の発泡炭化物の強度が増大する。

(8)

ては、メラミン、トリメチロールメラミン、ヘキサメチロールメラミン、ジシアジエド等である。特に好ましいものは300メッシュの全体をの少くとも95%は通過する粉末のメラミンである。(c)成分の使用量は特定発明組成物100の重量部あたり10〜150の重量部、特に25〜70の重量部であり、(c)成分の併用により発泡率が大きくなる。

(iii)成分：グリース類：

(iii)成分としては、天然又は合成の分散媒に増稠剤を分散させた半固で粘潤ペースト状あるいは半固体状の所謂潤滑グリースまたは単にグリースとして知られているものが用いられる。増稠剤の例では、金属石けん類、たとえばZn、Sr、Zn、Pb、Cd、K、Na、Ca、Li、Al等の金属の高酸価脂肪酸塩、非石けん類、たとえばベントナイト、シリカゲル、フッ素化シリコン、

(e) 成分 - 充填劑；

上記空層は大気から閉鎖されていてもよく、大気に開口してもよい。平均粒子径が $0.1-1000\mu m$ 、好ましくは $10-200\mu m$ であり、かさ密度( $\rho_{bulk}$ )の $0.1-0.7$ 、好ましくは $0.1-0.5$ のもの、 $1$ 種又は $2$ 種以上が用いられる。マイクロバルーンの例としては、まつり山屋のかラス(シラス)  
イ摩リノ、silica-fused-silica-coated glass-beads

1 階 9 1, 2, ~~three from Yafeno~~ 1 three

合成樹脂からなるプラスチックバレーン類、カーボンバレーン類等である。

(d)成分の使用量は、特定発明組成物100重量部あたり3〜200重量部、特に30〜100重量部程度であり、(d)成分の併用により発泡炭化物の断熱性が向上する。

上記した諸成分からなるバネ状物質は、必要配合成分を通常の混練機を用いて機械的に混合することにより容易に製造し得る。

以下、特定発明組成物の実施例及びバネ状物質等本発明の他の各種実施例の効果を示す。

〔実施例1〜2、比較例1〕

平均粒度が40以下の膨張性黒鉛のみをルッペに入れ、バーナにて下から約800℃に加熱すると、炭素筋は発泡するも発泡収縮率は互に適合せず、きわめて飛散しやすい状態であつた。次に上記と同じ膨張性黒鉛100重量部と五酸化リン100重量部とからなる組成物(膨張性黒鉛：リン元素量=100:40)〔実施例1〕及び膨張性黒鉛100重量部とポリリン酸アミ

ド100重量部とからなる組成物(膨張性黒鉛：リン元素量=100:20)〔実施例2〕とにつき、上記と同様の方法、条件で加熱したところ、ルッペの開口部一軒に発泡炭化物塊が生成した。

〔実施例3〜13、比較例3〜5〕

第1表に示す実施例3〜13、比較例3の各バネ状組成物を容量20の実験用コッターで混練製造し、各組成物について後記する試験方法及び評価基準に従い、混練加工性、軟度、発泡性、発泡物の強度を評価した。その結果を同じく第1表に示す。

上記各特性の試験方法及び評価基準は次の通り。

〔混練加工性〕

容量20、攪拌翼2枚の実験用コッターに各組成物の成分を夫々規定量投入し、室温〜80℃で40分間攪拌し、出来上つた混合物のきとまり状態を肉眼及び指触に観察し、優、良、不可の三段階に判定する。

100gの分銅をのせ崩れの程度により優、良、不可の三段階に判定する。

優：崩れないもの

良：若干崩れるもの

不可：崩れるもの

優：適度の弾性を有し、手ざわりのしなやかなもの。

良：優と不可の中間。

不可：弾性に乏しくきとまりの悪いもの。

〔軟度〕

115 A 5752 による軟度(20℃、150g円錐針、5秒、針入深さ、mm)を測定し次の三段階に判定する。

A: 10〜30

B: 31〜100

C: 101以上

〔発泡性〕

発泡皿(内容量約50ml)に一定量(1g)のバネを入れラジエーターで加熱し発泡状態を観察し優、良、不可、の三段階に判定する。

優：発泡倍率 30倍以上

良：発泡倍率 5〜30倍

不可：発泡倍率 1倍未満

特許出願人

大日本電機株式会社

代表者代表取締役 青田 正二

- (1) ショアA硬度0、 $\Delta 10^\circ \text{FD}$ 粘度 4030 cSt (日本石油化学製)
- (2)  $25^\circ \text{C}$ の粘度 30,000 cPs (電気化学機製)
- (3)  $25^\circ \text{C}$ の粘度 100,000 cPs (同上)
- (4) ショアA硬度0、稠度: $\Delta 10$ 、沸点 $200^\circ \text{C}$ 以上
- (5) 粘度40 cSt以上 全通(中央化学機製)
- (6) トリクレジメスフエート
- (7) 繊維径 0.07  $\mu\text{m}$  長さ 1~5  $\mu\text{m}$
- (8)  $\phi$  1/3  $\mu\text{m}$  長さ 4  $\mu\text{m}$
- (9)  $\phi$  1/4  $\mu\text{m}$  長さ 4  $\mu\text{m}$  (日本カイノール機製)カイノール
- (10) 平均粒子径 1.0  $\mu\text{m}$  (昭和薬品機製)ハイジライト H-3